### **BUNDESREPUBLIK** DEUTSCHLAND





REG'D 0 2 AUG 2004 WIPO PCT

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

103 32 427.5

Anmeldetag:

16. Juli 2003

Anmelder/Inhaber:

Uhde GmbH, 44141 Dortmund/DE

Bezeichnung:

Verfahren zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck

befindlichen, technischen Gasen

IPC:

B 01 D 53/52

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 22. März 2004

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident
Im Auftrag

oet.

Ebert

A 9161 03/00 EDV-L

# Verfahren zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck befindlichen, technischen Gasen

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck befindlichen, technischen Gasen mittels eines physikalischen Waschmittels sowie die Gewinnung von Schwefel aus Schwefelwasserstoff unter Einsatz einer Claus-Anlage.

5

10

15

20

25

30

35

[0002] Schwefelkomponenten werden aus technischen Gasen bei erhöhtem Druck (20 – 60 bar) mittels physikalisch wirkender Absorptionsmittel, z.B. Rectisol, Selexol, Genosorb, Morphysorb, in Bezug auf auch vorhandenes CO<sub>2</sub> selektiv entfernt. Bei der Regeneration entstehen neben dem gereinigten Gasstrom mindestens zwei Regenerationsgasströme bei niedrigem Druck (1 - 3 bar), die die entfernten Sauergaskomponenten enthalten: einer angereichert mit Schwefelwasserstoff, einer (oder mehrere) angereichert mit Kohlendioxid und bis auf Spuren frei von Schwefelwasserstoff.

[0003] Der mit Schwefelwasserstoff angereicherte Strom wird einer Anlage zur Erzeugung von Elementarschwefel mittels katalytischer Reaktion (Clausprozess) zugeführt. Neben dem elementaren Schwefel entsteht in diesem Prozess ein Restgas bei nahezu atmosphärischem Druck (0.9 - 1.5 bar), das nicht umgesetzte Schwefelkomponenten, wie Schwefelwasserstoff und Schwefeldioxid, sowie Wasserstoff, Kohlendioxid, Kohlenmonoxid und Stickstoff enthält. Um höhere geforderte Schwefelumsetzungsgrade (> ca. 95%) zu erreichen, wird das Restgas des Clausprozesses mittels verschiedenartiger Prozesse in nachgeschalteten Anlagen bis zum Erreichen des erforderlichen Umsatzgrades entschwefelt, gegebenenfalls nachverbrannt und dann in die Atmosphäre emittiert.

[0004] Alternativ kann nach dem Stand der Technik das Restgas aus der Clausanlage zunächst einer katalytischen Hydrierung zugeführt werden, bei der primär Schwefeldioxid sowie weitere nicht reduzierte Schwefelkomponenten zu Schwefelwasserstoff umgesetzt werden, wobei diese anschließend mittels Kompression in den zu entschwefelnden Hauptgasstrom in die Absorptionskolonne bei erhöhtem Druck (s.o. 20 –60 bar) zurückgeführt werden. Diese Rückführung der in dem Clausprozess nicht umgesetzten Schwefelkomponenten ermöglicht einen nahezu 100%igen Schwefelumsatz der aus dem Hauptgasstrom entfernten Schwefelkomponenten.

[0005] Als nachteilig erweist sich für die Kompression des Restgases die aufzuwendende Kompressionsenergie verbunden mit hohen Investitionskosten für Kompressoren mit einer Druckerhöhung von nahezu atmosphärischem Druck auf den Druck des Hauptgasstromes (s.o. 20 – 60 bar) sowie - insbesondere bei kleinem Restgasvolumenstrom und großer Druckerhöhung – die Auswahl eines Kompressortyps, der den betrieblichen Anforderungen (in Spuren vorhandener Elementarschwefel kann sich ablagern) gerecht wird.

5

10

15

20

25

30

35

[0006] Die Aufgabe der Erfindung ist daher, das Verfahren dahingehend zu verbessern, dass einerseits eine Abgabe des Restgases an die Atmosphäre vermieden wird und andererseits eine Verdichtung des Restgases auf den Druck des Hauptgasstroms nicht mehr erforderlich ist.

[0007] Die Erfindung löst die Aufgabe dadurch, dass zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck befindlichen, technischen Gasen mittels eines physikalischen Waschmittels sowie Gewinnung von Schwefel aus Schwefelwasserstoff unter Einsatz einer Claus-Anlage

- der Schwefelwasserstoff und die weiteren Sauergaskomponenten in dem physikalischen Waschmittel absorptiv gelöst werden,
- das physikalische Waschmittel einer mehrstufigen Regeneration unterzogen wird,
- wobei die verschiedenen Regenerationsstufen sowohl untereinander verschiedene Druckstufen als auch gegenüber der Absorption einen geringeren Druck aufweisen,
- ein schwefelwasserstoffreiches Clausgas aus einer der Regenerationsstufen abgezogen und in eine Clausanlage geleitet wird, wo Schwefel erzeugt wird,
- das die Clausanlage verlassende Restgas auf einen Druck verdichtet wird, der einer der Regenerationsstufen entspricht, und
- das verdichtete Restgas in diese Regenerationsstufe geleitet wird.

[0008] Erfindungsgemäß wird das Restgas des Clausprozesses nach bereits oben beschriebener Hydrierung nicht - wie ebenso oben beschrieben - in den zu entschwefelnden Hauptgasstrom mit dem erhöhten Druck von 20 – 60 bar (s.o.) geführt, sondern ausschließlich in den Regenerationsteil der selektiv ausgelegten, physikalisch wirkenden Sauergasentfernung (Rectisol, Selexol, Genosorb, Morphysorb), und zwar mittels Kompression auf einen Druck zwischen nur 2 und 10 bar. Druckhöhe und der genaue Einbindungspunkt in den Regenerationsteil sind abhängig von den erforderlichen Konzentrationen der Gaskomponenten in den Regenerationsgasen.

[0009] Wesentlich ist, dass der oben beschriebene nahezu 100%ige Schwefelumsatz der aus dem Hauptgasstrom entfernten Schwefelkomponenten beibehalten wird und dass das (die) mit Kohlendioxid angereicherte(n) Regenerationsgas(e) bis auf Spuren frei von Schwefelwasserstoff ist (sind).

5

10

15

20

25

30

35

[0010] Der erfindungsgemäße Vorteil besteht darin, dass das Restgas des Clausprozesses nicht auf hohen Druck komprimiert werden muss, da innerhalb einer bezüglich Schwefelwasserstoff und Kohlendioxid selektiv arbeitenden Gaswäsche Anreicherungskolonnen für die einzelnen Gaskomponenten auf niedrigerem Druckniveau gegenüber dem Druck des Hauptgasstromes bereits vorhanden sind und somit das Restgas an entsprechend geeigneter Stelle eingebunden werden kann, ohne dass die

Randbedingungen der Regeneration sowie Absorption verändert werden.

[0011] Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines Verfahrensschemas in Fig. 1 näher erläutert: Fig. 1 zeigt das erfindungsgemäße Verfahren, angewendet auf einen Rectisol-Prozess, bestehend aus einer Absorption 2, einer mehrstufigen Regeneration 6, einer Clausanlage 14 mit anschließender Hydrierung 17 und einem Kompressor 19, wobei das erfindungsgemäße Verfahren aber nicht auf diese beispielhafte Ausführungsform beschränkt ist.

[0012] Das unter einem Druck von 60 bar stehende Einsatzgas 1 wird in Absorption 2 geleitet, wo Schwefelwasserstoff und weitere Sauergaskomponenten wie CO<sub>2</sub> entfernt werden. Das gereinigte Produktgas 3 verlässt die Absorption 2. Das beladene Absorbens 4 wird in die mehrstufige Regeneration 6, bestehend aus den Anreicherungen 7 und 8 sowie aus der Strippung 9 und der thermischen Regeneration 10, geführt, dort regeneriert und als regeneriertes Absorbens 5 in die Absorption recycliert. Die Sauergase 11 und 12 enthalten Sauergaskomponenten, etwa CO und CO<sub>2</sub>, und Inertgas in verschiedener Zusammensetzung für die Verwendung in anderen Anlagenteilen und sind frei oder arm an Schwefelkomponenten.

[0013] Der in der thermischen Regeneration 10 abgeschiedene, mit Schwefelwasserstoff angereicherte Clausgas 13 wird die Claus-Anlage 14 geführt, wo Schwefel 15 gewonnen wird. Das erhaltene Restgas 16 wird in der Hydrierung 17 hydriert, und das hydrierte Restgas 18 mittels des Kompressors 19 auf einen Druck von 2 – 5 bar verdichtet.

[0014] Das verdichtete Restgas 20 wird die Regeneration 6 des Rectisolprozesses geführt, und zwar alternativ in die Anreicherungen 7 oder 8 oder in die Strippung 9 als Zuführung 21, 22 oder 23. Der genaue Einbindungspunkt ist frei wählbar und hängt ab von der Restgaszusammensetzung bezüglich H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub>, CO und N<sub>2</sub>. Eine Zuführung in das Einsatzgas 1 als Strom 24 nach dem Stand der Technik ist nicht mehr erforderlich.

#### [0015] Bezugszeichenliste

1 Einsatzgas

5

- 2 Absorption
- 3 gereinigtes Produktgas
- 4 beladenes Absorbens
- 5 regeneriertes Absorbens
- 6 Regeneration
- 7 Anreicherung
- 8 Anreicherung
- 9 Strippung
- 10 thermische Regeneration
- 11 Sauergas
- 12 Sauergas
- 13 Clausgas
- 14 Claus-Anlage
- 15 Schwefel
- 16 Restgas
- 17 Hydrierung
- 18 hydriertes Restgas
- 19 Kompressor
- 20 verdichtetes Restgas
- 21 Zuführung
- 22 Zuführung
- 23 Zuführung
- 24 Zuführung nach dem Stand der Technik

#### Patentanspruch

Verfahren zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck befindlichen, technischen Gasen mittels eines physikalischen Waschmittels sowie Gewinnung von Schwefel aus Schwefelwasserstoff unter Einsatz einer Claus-Anlage, dadurch gekennzeichnet, dass

- der Schwefelwasserstoff und die weiteren Sauergaskomponenten in dem physikalischen Waschmittel absorptiv gelöst werden,
- das physikalische Waschmittel einer mehrstufigen Regeneration unterzogen wird,
- wobei die verschiedenen Regenerationsstufen sowohl untereinander verschiedene
   Druckstufen als auch gegenüber der Absorption einen geringeren Druck aufweisen,
- ein schwefelwasserstoffreiches Clausgas aus einer der Regenerationsstufen abgezogen und in eine Clausanlage geleitet wird, wo Schwefel erzeugt wird,
- das die Clausanlage verlassende Restgas auf einen Druck verdichtet wird, der einer der Regenerationsstufen entspricht, und
- das verdichtete Restgas in diese Regenerationsstufe geleitet wird.

#### Zusammenfassung

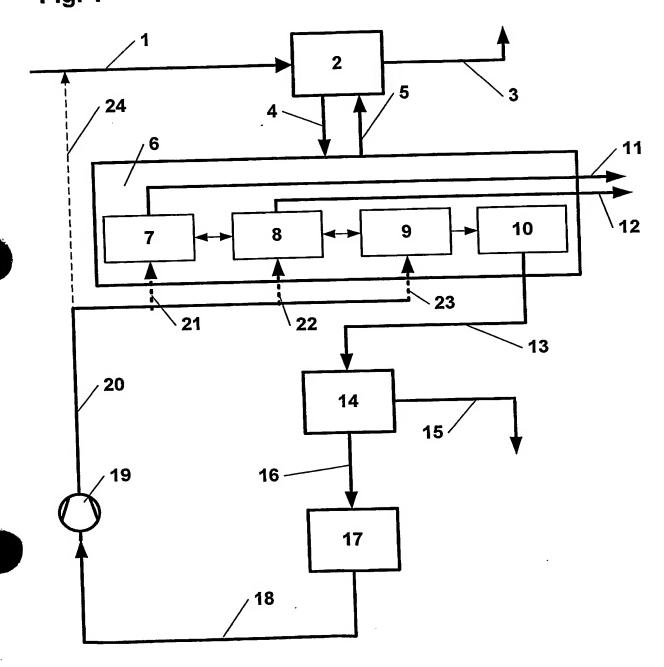
Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Schwefelwasserstoff und weiteren Sauergaskomponenten aus unter Druck befindlichen, technischen Gasen mittels eines physikalischen Waschmittels sowie Gewinnung von Schwefel aus Schwefelwasserstoff unter Einsatz einer Claus-Anlage, wobei

- der Schwefelwasserstoff und die weiteren Sauergaskomponenten in dem physikalischen Waschmittel absorptiv gelöst werden,
- das physikalische Waschmittel einer mehrstufigen Regeneration unterzogen wird,
- wobei die verschiedenen Regenerationsstufen sowohl untereinander verschiedene Druckstufen als auch gegenüber der Absorption einen geringeren Druck aufweisen,
- ein schwefelwasserstoffreiches Clausgas aus einer der Regenerationsstufen abgezogen und in eine Clausanlage geleitet wird, wo Schwefel erzeugt wird,
- das die Clausanlage verlassende Restgas auf einen Druck verdichtet wird, der einer der Regenerationsstufen entspricht, und
- das verdichtete Restgas in diese Regenerationsstufe geleitet wird.

15

10

5



# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER:

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.